

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 899 076 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
03.03.1999 Patentblatt 1999/09

(51) Int. Cl.⁶: B29C 47/00, A22C 13/00

(21) Anmeldenummer: 98115586.4

(22) Anmeldetag: 19.08.1998

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: 27.08.1997 DE 19737113

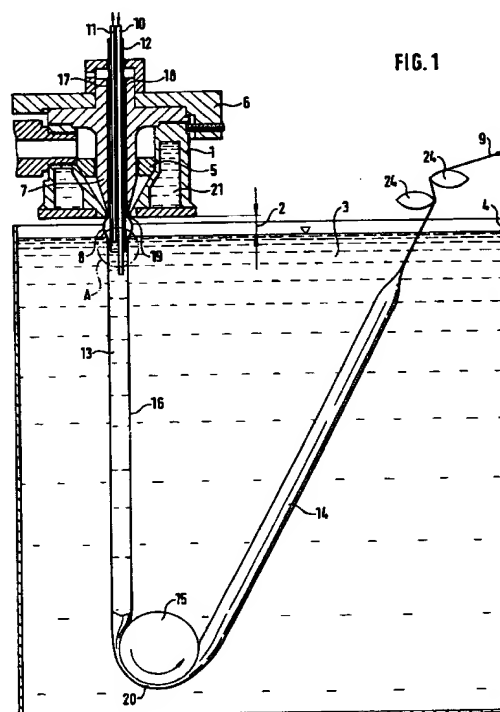
(71) Anmelder:
Kalle Nalo GmbH & Co. KG
65203 Wiesbaden (DE)

(72) Erfinder:
• Gord, Herbert, Dipl.-Ing.
55218 Ingelheim (DE)
• Hammer, Klaus-Dieter, Dr. Dipl.-Chem.
55120 Mainz (DE)
• Sattler, Helmut
65201 Wiesbaden (DE)

(74) Vertreter:
Zounek, Nikolai, Dipl.-Ing. et al
Patentanwaltskanzlei Zounek,
Industriepark Kalle Albert,
Rheingastrasse 190-196
65203 Wiesbaden (DE)

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung eines nahtlosen Folienschlauches auf Cellulosebasis durch Extrudieren

(57) Ein nahtloser Folienschlauch auf Cellulosebasis wird durch Extrudieren einer wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO)-Lösung durch eine Ringdüse 1 in eine Spinnkufe 4, in der sich ein Spinnbad 3 befindet hergestellt. Der in das Spinnbad 3 eintauchende Folienschlauch 16 durchläuft eine Luftstrecke 2 zwischen der Unterseite der Ringdüse 1 und der Oberfläche des Spinnbades 3 und wird mit Druckluft im Inneren beaufschlagt und querverstreckt. In den Folienschlauch 16 wird eine Innenbadlösung 13 über ein Zulaufrohr 10 eingefüllt. In der Spinnkufe 4 befindet sich nahe dem Boden eine Umlenkung 15, um die der Folienschlauch 16 herumgeführt wird und danach unter einem Winkel von 10 bis 90° zur Horizontalen nach oben als Folienschlauch 14 aus der Spinnkufe 4 herausgeführt wird. Entlang einer Kontaktstrecke 20 der Umlenkung 15 wird der Folienschlauch durch den Druck des Spinnbades 3 flachgedrückt.



EP 0 899 076 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung eines nahtlosen Folienschlauches auf Cellulosebasis durch Extrudieren einer wäßrigen

Cellulose-N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO)-Lösung durch eine Ringdüse in ein Spinnbad.

[0002] Cellulose ist in den üblichen Lösemitteln nicht löslich und hat weder einen Schmelzpunkt oder einen Schmelzbereich und kann daher auch nicht thermoplastisch verarbeitet werden. Aus diesem Grund wird Cellulose normalerweise zur Herstellung von Schlauchhüllen für Nahrungsmittel, wie beispielsweise Wursthüllen, chemisch umgewandelt, wobei diese Verfahren mit einem Abbau der Cellulose verbunden sind, d.h. der durchschnittliche Polymerisationsgrad der Cellulose wird geringer. Derartige Verfahren sind technisch sehr aufwendig und entsprechend teuer im Betrieb.

[0003] Zur Zeit wird das Viskose-Verfahren beim Extrudieren von Folienschläuchen auf Cellulosebasis bevorzugt. Dabei wird die Cellulose mit Natronlauge und anschließend mit Schwefelkohlenstoff umgesetzt. Auf diese Weise wird eine Cellulosexanthogenatlösung erhalten, die durch eine Spinn- oder Ringdüse in ein sogenanntes Spinn- oder Fällbad extrudiert wird. Mit Hilfe von weiteren Fäll- und Waschbädern wird die Cellulose regeneriert.

[0004] Es ist seit langem bekannt, daß Cellulose in Oxiden tertiärer Amine löslich ist, und das zur Zeit am besten geeignete Lösemittel für Cellulose ist N-methylmorpholin-N-oxid (NMMO). Die Cellulose löst sich darin, ohne sich dabei chemisch zu verändern. Es findet kein Abbau von Celluloseketten statt. Die Herstellung geeigneter Spinnlösungen ist bekannt (DD 218 104; DD 298 789; US-A 4 145 532; US-A 4 196 282; US-A 4 255 300).

[0005] Aus den Lösungen lassen sich durch Extrudieren in ein Spinnbad Fäden herstellen (DE-A 44 09 609; US-A 5 417 909). In der WO 95/07811 (=CA 2 149 218) ist auch ein Verfahren zur Herstellung von Cellulose-Schlauchfolien nach dem Aminoxidverfahren offenbart. Kennzeichnend an diesem Verfahren ist die Kühlung der extrudierten Folie mit Kühlgas unmittelbar unterhalb des Ringspalts der Extrusionsdüse. Gemäß der EP-A 662 283 wird die extrudierte Schlauchfolie von innen mit Hilfe von Flüssigkeit gekühlt.

[0006] Rückgewinnung und Reinigung des NMMO's sind in der DD 274 435 beschrieben. Da die Cellulose in dem Verfahren chemisch nicht umgewandelt wird, ist der apparative Aufwand geringer. Bei dem Aminoxidverfahren fallen keine gasförmigen oder wäßrigen Abfallprodukte an, so daß es keine Probleme bei der Abluft oder dem Abwasser gibt. Es erlangt daher eine zunehmende Bedeutung.

[0007] In der EP-A 0 686 712 wird die Herstellung von flexiblen Cellulosefasern nach dem N-Methylmorpholin-N-Oxid(NMMO)-Spinnverfahren beschrieben. Darin wird eine Celluloselösung in wasserhaltigem NMMO

durch eine Spinn Düse ausgepreßt, über eine Luftstrecke in ein NMMO-haltiges, wäßriges Fällbad geführt und anschließend gewaschen, nachbehandelt und getrocknet.

[0008] Gemäß der WO 93/13670 wird eine nahtlose, schlauchförmige Nahrungsmittelhülle durch Extrudieren einer Lösung von Cellulose in NMMO/Wasser mit Hilfe einer speziellen Extrusionsdüse hergestellt. Zwischen Extrusionsdüse und Fällbad befindet sich eine Luftstrecke. Kennzeichnend für dieses Verfahren ist ein speziell geformter Hohldorn, durch den hindurch die Fällflüssigkeit auch im Innern des Schlauches zirkulieren kann. In der Luftstrecke wird das Innere des extrudierten Schlauches praktisch vollständig von Hohldorn und Fällflüssigkeit ausgefüllt. Der Schlauch wird dabei nicht querverstreckt.

[0009] In der WO 95/35340 wird ein Verfahren zur Herstellung von Celluloseblasfolien beschrieben, in dem eine in NMMO gelöste, nicht derivatisierte Cellulose verwendet wird.

[0010] Beim Extrudieren eines Folienschlauchs aus einer Ringdüse in ein Spinnbad, wobei innerhalb dieses Spinnbades keine mechanische Abstützung des Folienschlauchs vorgenommen wird, zeigt sich als nachteilig, daß die Kalibergenauigkeit des mit einer Innenbadlösung gefüllten Folienschlauchs nicht eingehalten werden kann und es zu unregelmäßigen Schwankungen im Kaliberdurchmesser des Folienschlauchs während des kontinuierlichen Extrusionsvorgangs kommt.

[0011] Aufgabe der Erfindung ist es, ein Verfahren der eingangs beschriebenen Art so zu verbessern, daß ein Folienschlauch mit gleichbleibendem Kaliber, d.h. frei von Schwankungen des Schlauchdurchmessers und ohne Einsatz mechanischer Stütz- und Führungsmittler für den Folienschlauch innerhalb des Spinnbades hergestellt werden kann.

[0012] Diese Aufgabe wird verfahrensgemäß in der Weise gelöst, daß der Folienschlauch in einer Luftstrecke zwischen der Ringdüse und der Oberfläche des Spinnbades durch Überdruck querverstreckt wird, daß der Folienschlauch mit einer Innenbadlösung gefüllt und im Spinnbad umgelenkt wird und daß der Pegel der Innenbadlösung im eintauchenden und aufsteigenden Teil des Folienschlauchs tiefer als die Oberfläche des Spinnbades eingestellt wird.

[0013] In Ausgestaltung des Verfahrens wird die Innenbadlösung durch die Ringdüse hindurch in den Folienschlauch sowohl eingefüllt als auch abgesaugt, wobei das Einfüllen und das Absaugen voneinander räumlich getrennt vorgenommen werden. Die Führung des Folienschlauchs erfolgt derart, daß der Folienschlauch senkrecht zu der Oberfläche des Spinnbades eintaucht und nach dem Umlenken innerhalb des Spinnbades unter einem Winkel von 10 bis 90° zur Horizontalen nach oben aus dem Spinnbad herausgeführt wird. Dabei wird verfahrensgemäß die Dichte der Innenbadlösung im Bereich der Umlenkung des Folienschlauchs kleiner als im senkrecht eintauchenden Teil und im

unter einem Winkel von 10 bis 90° zur Horizontalen her-
ausgeführten Teil des Folienschlauchs eingestellt.

[0014] In Ausgestaltung des Verfahrens enthalten das Spinnbad und die Innenbadlösung N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO) in wäßriger Lösung und werden die NMMO-Konzentrationen des Spinnbades der Innenbadlösung zu Beginn der Extrusion des Folienschlauchs etwa gleich groß gewählt. Die NMMO-Konzentration der Innenbadlösung nimmt während des Extrusionsvorgangs in Richtung des Umlenkbereichs des Folienschlauchs zu und steigt zunächst auch gegenüber der NMMO-Konzentration des Spinnbades an und wird durch stetige Erneuerung der Innenbadlösung auf einen Wert kleiner/gleich der Anfangskonzentration abgesenkt.

[0015] Die weitere Ausgestaltung des Verfahrens ergibt sich aus den Merkmalen der Patentansprüche 7 bis 11.

[0016] Die Vorrichtung zur Herstellung eines nahtlosen Folienschlauchs auf Cellulosebasis durch Extrudieren einer wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO)-Lösung, die eine Ringdüse und ein Spinnbad umfaßt, zeichnet sich dadurch aus, daß zwischen der Ringdüse und der Oberfläche des Spinnbades in einer Spinnkufe eine Luftstrecke vorhanden ist, daß nahe dem Boden der Spinnkufe eine Umlenkung für den senkrecht in das Spinnbad eintauchenden Folienschlauch angeordnet ist, und daß ein Zulauf- und ein Absaugrohr für eine Innenbadlösung des Folienschlauchs durch die Ringdüse hindurchgeführt sind und in den Folienschlauch hineinragen.

[0017] In Weiterbildung der Vorrichtung umschließt ein Rohr das Zulauf- und Absaugrohr, durchsetzt zentral eine Pinole der Ringdüse und bildet einen Spalt mit einem zentralen Durchgang der Pinole, wobei das Rohr in die Innenbadlösung des Folienschlauchs eintaucht und einen kleineren Durchmesser als der Folienschlauch aufweist.

[0018] In Ausgestaltung der Vorrichtung ist das Zulaufrohr innerhalb des senkrecht einlaufenden Folienschlauchs höhenverstellbar. Zweckmäßigerweise nimmt das Zulaufrohr zu Beginn des Einfüllens der Innenbadlösung in den Folienschlauch eine obere Position ein und ist nach erfolgtem Einfüllen der Innenbadlösung in eine Position knapp oberhalb der Umlenkung in den Folienschlauch eingeschoben.

[0019] In Weiterbildung der Erfindung tauchen das Rohr 5 bis 50 mm und das Absaugrohr 3 bis 45 mm in die Innenbadlösung ein. Geeigneterweise ist die Umlenkung ein Porzellan- oder Glasstab, dessen Durchmesser größer als das Kaliber des Folienschlauchs ist.

[0020] Die weitere Ausgestaltung der Erfindung ergibt sich aus den Merkmalen der Patentansprüche 18 bis 24.

[0021] Die Erfindung wird im folgenden anhand eines zeichnerisch dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

[0022] Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Schnittansicht der Vorrichtung nach der Erfindung mit hochgestelltem Zulaufrohr im Folienschlauch;

Fig. 2 eine schematische Schnittansicht der Vorrichtung ähnlich derjenigen nach Fig. 1, mit in den Folienschlauch eingeschobenem Zulaufrohr;

Fig. 3 eine vergrößerte Schnittansicht gemäß der Stelle A in Fig. 1; und

Fig. 4 schematisch im Schnitt einen Folienschlauch mit Kaliberschwankungen.

[0023] Eine in Fig. 1 gezeigte Vorrichtung zum Extrudieren einer wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO)-Lösung zu einem Folienschlauch umfaßt eine Ringdüse 1 und eine Spinnkufe 4, die mit einem Spinn- oder Fällbad 3 gefüllt ist. Das Spinnbad 3 besteht aus einer wäßrigen NMMO-Lösung mit 12 bis 20 Gew.-%igen, insbesondere 15 Gew.-%igen NMMO-Anteil. Die an sich bekannte Ringdüse 1 umfaßt als wesentliche Bestandteile eine Vorverteilerscheibe 5, eine Verstelleinrichtung 6, eine Pinole 7 mit einem zentralen Durchgang 18 und einen Extrusionsdüsenpalt 19. Die zu einem Folienschlauch zu extrudierende wäßrige Spinnlösung ist eine NMMO-Lösung mit 75 bis 90 Gew.-%, insbesondere 87,7 Gew.-% Morpholinanteil. Die Spinnlösung wird mittels einer nichtgezeigten Spinnpumpe einseitig in die Ringdüse 1 eingebracht. Die Vorverteilerscheibe in der Ringdüse 1 sorgt für eine über dem Umfang weitgehend gleichmäßige Zuführung der Morpholinlösung in den Extrusionsdüsenpalt 19. Die Feineinstellung der Folienschlauchdicke erfolgt über die Verstelleinrichtung 6 der Pinole 7. Die Ringdüse 1 besitzt einen Doppelmantel zur Erwärmung der Ringdüse 1 auf die Temperatur der Morpholinlösung, wobei für die Erwärmung ein Heizmedium 21 vorgesehen ist, das den Doppelmantel durchströmt. Der aus dem Düsenpalt 19 extrudierte Folienschlauch durchläuft eine Luftstrecke 2, in der er mittels Druckluft aufgeweitet und querverstreckt wird. Der aufgeweitete Folienschlauch 8 hat keinen Kontakt mit der Außenseite eines Rohrs 12, das durch den Durchgang 18 der Pinole 7 hindurchgeführt ist und sich über die Unterseite der Ringdüse 1 hinaus nach unten erstreckt. Die Luftstrecke beträgt 10 bis 100 mm. Das Rohr 12 umschließt ein Zulauf- und ein Ablaufrohr 10 bzw. 11 für eine Innenbadlösung 13, die in den Folienschlauch eingefüllt wird. Diese Innenbadlösung 13 ist gleichfalls eine wäßrige NMMO-Lösung mit 12 bis 20 Gew.-%, insbesondere 15 Gew.-% NMMO-Anteil. Das Zulauf- und das Absaugrohr 10 bzw. 11 ragen in den senkrecht nach unten in das Spinnbad 3 eintauchenden Folienschlauch 16 hinein. Zu Beginn des Einfüllens der Innenbadlösung 13 in

den Folienschlauch 16 nimmt das Zulaufrohr 10 eine obere Position ein, wie dies in Fig. 1 gezeigt ist. Sobald der Folienschlauch mit der Innenbadlösung gefüllt ist, wird das Zulaufrohr 10 in eine Position in den Folienschlauch 16 eingeschoben, die sich knapp oberhalb einer Umlenkung 15 für den Folienschlauch 16 befindet, wie dies aus Fig. 2 zu entnehmen ist. Das Zulaufrohr 10 ist innerhalb des senkrecht eintauchenden Folienschlauchs 16 höhenverstellbar, ebenso das Absaugrohr 11.

[0024] Das Rohr 12 bildet einen Spalt 17 mit der Wand des Durchgangs 18 und durch diesen Spalt 17 wird Luft mit einem Überdruck von 0,5 bis 2,0 mbar in das Schlauchinnere geleitet. Dieser Überdruck bewirkt die Aufweitung des Folienschlauchs in der Luftstrecke 2 unmittelbar nach seinem Austritt aus dem Extrusionsdüsenpalt 19. Der Durchmesser des Extrusionsdüsenpalt 19, bei dem es sich um einen Ringspalt handelt, ist größer als der Außendurchmesser des Rohres 12. Der in das Spinnbad 3 eintauchende Folienschlauch 16 wird nahe dem Boden der Spinnkufe 4 umgelenkt. Hierzu ist eine Umlenkung 15, bei der es sich um einen Porzellan- oder Glasstab handelt, angeordnet, um die der Folienschlauch 16 herumgeführt wird. Nach der Umlenkung wird der Folienschlauch innerhalb des Spinnbades 3 unter einem Winkel von 10 bis 90° zur Horizontalen nach oben aus dem Spinnbad herausgeführt. Der nach oben verlaufende Folienschlauch 14 wird knapp unterhalb der Oberfläche des Spinnbades durch den Innendruck des Spinnbades zusammengequetscht und im zusammengefalteten Zustand aus dem Spinnbad 3 hinausgeführt. Abstreifer 24 zu beiden Seiten des zusammengefalteten Folienschlauchs 14 streifen die überschüssige Spinnbadlösung beidseitig ab und die Breite des flachgelegten Folienschlauchs 9 nach den Abstreifern nahe dem Ausgang aus der Spinnkufe 4 wird als Regelgröße für den Überdruck der Luft im Spalt 17 eingesetzt. Jede Abweichung der Breite des flachgelegten Folienschlauchs 9 von einem vorgegebenen Wert bewirkt eine Nachregelung des Überdrucks in der Weise, daß bei einer Abweichung nach unten der Luftdruck im Spalt 17 erhöht und bei einer Abweichung nach oben der Luftdruck im Spalt 17 erniedrigt wird.

[0025] Fig. 2 unterscheidet sich von Fig. 1 nur darin, daß das Zulaufrohr 10 in Fig. 2 im Vergleich zu Fig. 1 soweit in den senkrecht eintauchenden Folienschlauch 16 eingeschoben ist, daß sich die Mündung des Zulaufrohrs knapp oberhalb der Umlenkung 15 befindet. Das Spinnbad 3 und die Innenbadlösung 13 sind, wie schon zuvor erwähnt worden, wäßrige NMMO-Lösungen, die zu Beginn der Extrusion des Folienschlauchs 16 gleich große NMMO-Konzentrationen aufweisen. Mit fortschreitender Extrusion wird zunächst die NMMO-Konzentration der Innenbadlösung 13 ansteigen, da Morpholin während der Cellulose regenerierung aus dem Folienschlauch in die Innenbadlösung 13 eintritt und sich dort anreichert. Da Morpholin eine höhere

Dichte als Wasser besitzt, steigt die Konzentration bzw. Dichte der NMMO-Lösung in Richtung der Umlenkung 15 innerhalb des Folienschlauchs 16 an. Da sich andererseits die Konzentration der NMMO-Lösung des Spinnbades 3 praktisch nicht ändert, da das von dem Folienschlauch an das Spinnbad 3 abgegebene Morpholin wegen des großen Volumenunterschieds zwischen Folienschlauch und Spinnbad nur vernachlässigbar geringfügig die NMMO-Konzentration des Spinnbades 3 anheben kann, anders als bei der Innenbadlösung 13 im Folienschlauch 16, käme es ohne Regelung der NMMO-Konzentration der Innenbadlösung 13 zu einer Ausdehnung des Folienschlauchs 16. Durch die ständige Zufuhr und das Absaugen der Innenbadlösung 13 über das Zufuhr- und das Absaugrohr 10 bzw. 11 kommt es zu einer stetigen Erneuerung der Innenbadlösung 13, d.h. die an Morpholin angereicherte Innenbadlösung 13 nahe der Umlenkung 15 wird verdünnt, so daß die NMMO-Konzentration der Innenbadlösung 13 nahe der Umlenkung 15 kleiner oder höchstens gleich groß wie die NMMO-Konzentration des Spinnbades 3 ist. Dadurch reicht der Druck des Spinnbades 3 aus, um den Folienschlauch 16 entlang einer Kontaktstrecke 20 an die Umlenkung 15 so anzudrücken, daß er mehr oder weniger flachgedrückt wird, wie dies aus den Fig. 1 und 2 ersichtlich ist. Dadurch stellen sich in dem Folienschlauch über die gesamte Länge von knapp unterhalb der Oberfläche des Spinnbades 3 bis nahe zu der Umlenkung 15 gleichbleibende Druckverhältnisse ein, die dafür sorgen, daß das Kaliber bzw. der Durchmesser des Folienschlauchs 16 konstant ist und keine Schwankungen bzw. Dellen aufweist. Die Dichte der Innenbadlösung 13 ist somit abhängig von dem Durchsatz an Innenbadlösung bzw. Morpholin-Lösung, der Innenbadmenge und der Eintauchtiefe des Zulaufrohrs 10 bzw. der Einspeisestelle frischer Morpholin-Lösung in die Innenbadlösung 13. Die Position bzw. die Stelle, an der die Innenbadlösung 13 in den Folienschlauch 16 einströmt, beeinflußt im wesentlichen die Kaliberkonstanz, die Innenbadhöhe im aufsteigenden Folienschlauch 14 nach der Umlenkung 15 und die Stelle zum Entfernen der Innenbadlösung 13 aus dem Inneren des Folienschlauchs.

[0026] Fig. 3 zeigt den Ausschnitt gemäß der Stelle A in Fig. 1 in vergrößertem Maßstab. Das Rohr 12 ist etwa 5 bis 50 mm in die Innenbadlösung 13 im Inneren des Folienschlauchs eingetaucht. Das Absaugrohr 11 befindet sich in einer Position, in der sich ein Pegel 23 innerhalb des Rohrs 12 einstellt, der tiefer als ein Pegel 22 der Innenbadlösung außerhalb des Rohrs 12 liegt. Das Absaugrohr 11 taucht etwa 3 bis 45 mm in die Innenbadlösung 13 ein. Mit anderen Worten bedeutet dies, daß das Absaugrohr 11 eine Position einnimmt, in der die Innenbadlösung 13 so abgesaugt wird, daß sich der Pegel 23 in dem Abstand von 3 bis 45 mm unterhalb des Pegels 22 der Innenbadlösung im eintauchenden Folienschlauch 16 einstellt. Die Absaugung

beginnt somit unterhalb der Oberfläche des Spinnbades 3, so daß die Luftstrecke 2 und die dort herrschenden Druckbedingungen keinen Einfluß auf die Innenbadlösung 13 haben und es somit auch nicht zu Kaliberschwankungen des Folienschlauchs 16 kommen kann.

[0027] Durch die Einstellung der Eintauchtiefe des Zufuhrrohrs 10 und die stetige Erneuerung der Innenbadlösung wird die Dichte der Innenbadlösung 13 auf einem gleichbleibenden Wert gehalten, der zu der Einschnürung des Folienschlauchs 16 entlang der Kontaktstrecke 20 der Umlenkung 15 führt und den Pegel der Innenbadlösung 13 im aufsteigenden Folienschlauch 14 bei beliebig langer Laufzeit konstant unterhalb der Oberfläche des Spinnbades 3 einstellt, so daß es nicht mehr zu unruhigem Lauf und Kaliberschwankungen des Folienschlauchs kommt. Die stetige Erneuerung bzw. die Mindestzufuhr an Innenbadlösung 13 ist für jede Extrusions- bzw. Abzugsgeschwindigkeit des Folienschlauchs eigens zu ermitteln.

[0028] Der aus dem Spinnbad 3 austretende Folienschlauch 14 durchläuft nachfolgend nicht gezeigte Fäll- und Waschkufen, und kann beispielsweise noch mit Weichmachern behandelt und anschließend getrocknet werden, bevor er aufgewickelt und weiterverarbeitet wird.

[0029] In Fig. 4 sind schematisch die Kaliberschwankungen eines Folienschlauchs 25 angedeutet, die sich dadurch ergeben, daß eine Erneuerung der Innenbadlösung in der Weise nicht stattfindet, daß frische Morpholin-Lösung nahe der Umlenkung 15 über das eingeschobene Zulaufrohr in die Innenbadlösung 13 eingeführt wird. Wegen der fehlenden Erneuerung der Innenbadlösung 13 steigt die NMMO-Konzentration im Folienschlauch nach unten hin an und erreicht einen größten Wert im Bereich der Umlenkung 15. Dieser Dichteanstieg der Innenbadlösung 13 bewirkt eine Ausweitung des Folienschlauchs 25 im Bereich der Umlenkung 15, so daß es zu ungleichmäßigen Kalibern über die Länge des Folienschlauchs kommt. Diese Kaliberschwankungen sind jedoch nicht auf den Bereich der Umlenkung 15 begrenzt, sondern treten schon zu Beginn des Eintritts des Folienschlauchs 25 in die Spinnbadlösung 3 auf. Eine Erklärung hierfür ist darin zu sehen, daß das Zulaufrohr 10 eine obere Position einnimmt, so daß durch die Zufuhr von frischer Morpholinlösung schon im oberen Teil des Folienschlauchs 25 sich eine zu niedrige Dichte der Innenbadlösung 13 einstellt und bis zur Umlenkung 15 zunimmt. Die zu hohe Dichte der Innenbadlösung 13 an der Umlenkung 15 führt dazu, daß der Folienschlauch 25 zeitweise keinen Kontakt mit der Umlenkung 15 hat und dadurch eine ungleichmäßige Geschwindigkeit aufweist, die sich als Kaliberschwankungen des Folienschlauchs 25 (Eierkette) bemerkbar machen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines nahtlosen Folienschlauchs auf Cellulosebasis durch Extrudieren

einer wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin N-oxid-(NMMO)-Lösung durch eine Ringdüse in ein Spinnbad, dadurch gekennzeichnet, daß der Folienschlauch in einer Luftstrecke zwischen der Ringdüse und der Oberfläche des Spinnbades durch Überdruck querverstreckt wird, daß der Folienschlauch mit einer Innenbadlösung gefüllt und im Spinnbad umgelenkt wird und daß der Pegel der Innenbadlösung im eintauchenden und aufsteigenden Teil des Folienschlauchs tiefer als die Oberfläche des Spinnbades eingestellt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Innenbadlösung durch die Ringdüse hindurch in den Folienschlauch sowohl eingefüllt als auch abgesaugt wird, wobei das Einfüllen und das Absaugen voneinander räumlich getrennt vorgenommen werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Folienschlauch senkrecht zu der Oberfläche des Spinnbades eintaucht und nach dem Umlenken innerhalb des Spinnbades unter einem Winkel von 10 bis 90° zur Horizontalen nach oben aus dem Spinnbad herausgeführt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Dichte der Innenbadlösung im Bereich der Umlenkung des Folienschlauchs kleiner als im senkrecht eintauchenden Teil und im unter einem Winkel von 10 bis 90° zur Horizontalen herausgeführten Teil des Folienschlauchs eingestellt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Spinnbad und die Innenbadlösung N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO) in wäßriger Lösung enthalten und daß die NMMO-Konzentrationen des Spinnbades und der Innenbadlösung zu Beginn der Extrusion des Folienschlauchs etwa gleich groß gewählt werden.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß die NMMO-Konzentration der Innenbadlösung während des Extrusionsvorgangs in Richtung des Umlenkbereichs des Folienschlauchs zunimmt und auch gegenüber der NMMO-Konzentration des Spinnbades zunächst ansteigt und durch stetige Erneuerung der Innenbadlösung auf einen Wert kleiner/gleich der Anfangskonzentration abgesenkt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Folienschlauch ohne innere und/oder äußere Abstützung durch das Spinnbad hindurchgeführt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Innenbadlösung in einem Rohr so abgesaugt wird, daß der Pegel der Innenbadlösung in dem Rohr niedriger als der Pegel der Innenbadlösung im Folienschlauch ist und daß das Rohr einen kleineren Durchmesser als der Folienschlauch aufweist. 5
9. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Einlaufen der Innenbadlösung höhenverstellbar innerhalb des eintauchenden Folienschlauches geregelt wird und daß die Innenbadlösung so abgesaugt wird, daß sich ein Pegel der Innenbadlösung in einem Abstand von 3 bis 45 mm unterhalb des Pegels der Innenbadlösung im eintauchenden Folienschlauch einstellt. 10 15
10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Folienschlauch mit einem Überdruck von 0,5 bis 2,0 mbar in der Luftstrecke querverstreckt wird. 20
11. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Ringdüse auf die Temperatur der Cellulose-NMMO-Lösung aufgeheizt wird. 25
12. Vorrichtung zur Herstellung eines nahtlosen Folienschlauchs auf Cellulosebasis durch Extrudieren einer wäßrigen Cellulose-N-methyl-morpholin-N-oxid (NMMO)-Lösung, die eine Ringdüse (1) und ein Spinnbad (3) umfaßt, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen der Ringdüse (1) und der Oberfläche des Spinnbades (3) in einer Spinnkufe (4) eine Luftstrecke (2) vorhanden ist, daß nahe dem Boden der Spinnkufe (4) eine Umlenkung (15) für den senkrecht in das Spinnbad (3) eintauchenden Folienschlauch (16) angeordnet ist, und daß ein Zulauf- und ein Absaugrohr (10, 11) für eine Innenbadlösung (13) des Folienschlauchs durch die Ringdüse (1) hindurchgeführt sind und in den Folienschlauch (16) hineinragen. 30 35 40
13. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß ein Rohr (12) das Zulauf- und Absaugrohr (10, 11) umschließt, eine Pinole (7) der Ringdüse (1) zentral durchsetzt und einen Spalt (17) mit einem zentralen Durchgang (18) der Pinole (7) bildet, wobei das Rohr (12) in die Innenbadlösung (13) des Folienschlauchs (16) eintaucht und einen kleineren Durchmesser als der Folienschlauch (16) aufweist. 45 50
14. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Zulaufrohr (10) innerhalb des senkrecht eintauchenden Folienschlauchs (16) höhenverstellbar ist. 55
15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß das Zulaufrohr (10) zu Beginn des Einfüllens der Innenbadlösung in den Folienschlauch (16) eine obere Position einnimmt und nach erfolgtem Einfüllen der Innenbadlösung in eine Position knapp oberhalb der Umlenkung (15) in den Folienschlauch (16) eingeschoben ist.
16. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß das Rohr (12) 5 bis 50 mm und das Absaugrohr (11) 3 bis 45 mm in die Innenbadlösung (13) eintauchen.
17. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Umlenkung (15) ein Porzellan- oder Glasstab ist, dessen Durchmesser größer als das Kaliber des Folienschlauchs (16) ist.
18. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß ein Extrusionsdüsenpalt (19) der Ringdüse (1) einen Durchmesser größer als der Außendurchmesser des Rohres (12) aufweist und daß durch den Spalt (17) Luft mit Überdruck in den Folienschlauch (16) einströmt und den Folienschlauch innerhalb der Luftstrecke (2) aufweitet und querverstreckt.
19. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß das Spinnbad (3) und die Innenbadlösung (13) wäßrige NMMO-Lösungen sind, die zu Beginn der Extrusion des Folienschlauchs (16) gleich große NMMO-Konzentrationen aufweisen.
20. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß während der Extrusion des Folienschlauchs (16) das Zulaufrohr (10) in einer Position knapp oberhalb der Umlenkung (15) ist, in der die in den Folienschlauch einströmende Innenbadlösung die angestiegene NMMO-Konzentration der Innenbadlösung im Bereich der Umlenkung (15) auf eine Konzentration verdünnt, die kleiner/gleich der NMMO-Konzentration des Spinnbades (3) ist.
21. Vorrichtung nach Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß der Folienschlauch (16) entlang einer Kontaktstrecke (20) auf der Umlenkung (15) durch das Spinnbad (3) eingeschnürt ist.
22. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Ringdüse (1) mittels eines Heizmediums (21), das die Ringdüse durchströmt, beheizt ist.
23. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß der nach dem Ablösen von der Umlenkung (15) schräg nach oben aufsteigende Folienschlauch (14) mit der Innenbadlösung gefüllt ist und das gleiche Kaliber wie der senkrecht eintauchende Folienschlauch (16) aufweist und daß

das Spinnbad (3) den aufsteigenden Folien-
schlauch (14) unterhalb der Oberfläche des Spinn-
bades (3) flachdrückt.

24. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekenn- 5
zeichnet, daß die Luftstrecke (2) 10 bis 100 mm
beträgt.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

FIG. 1

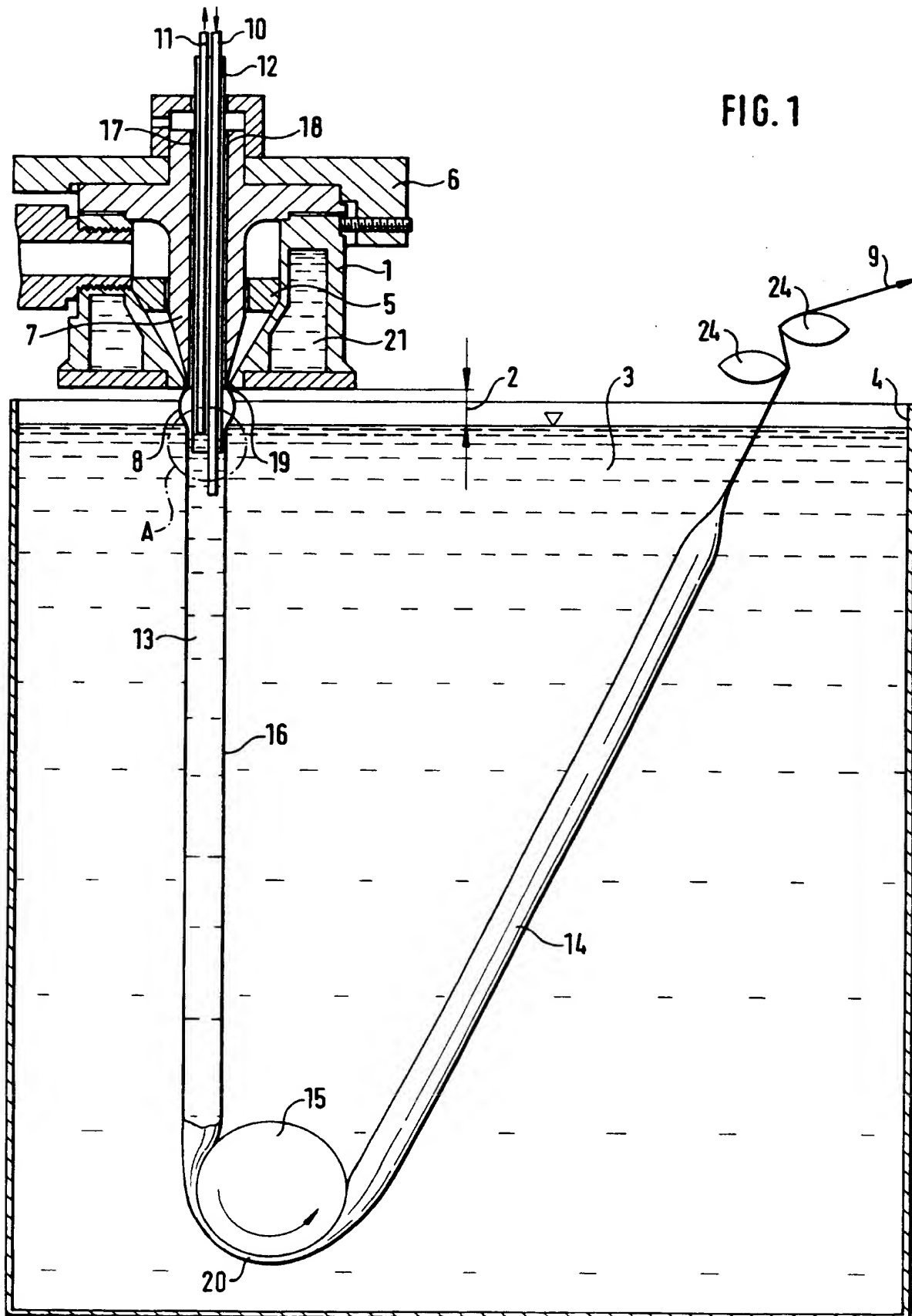


FIG. 2

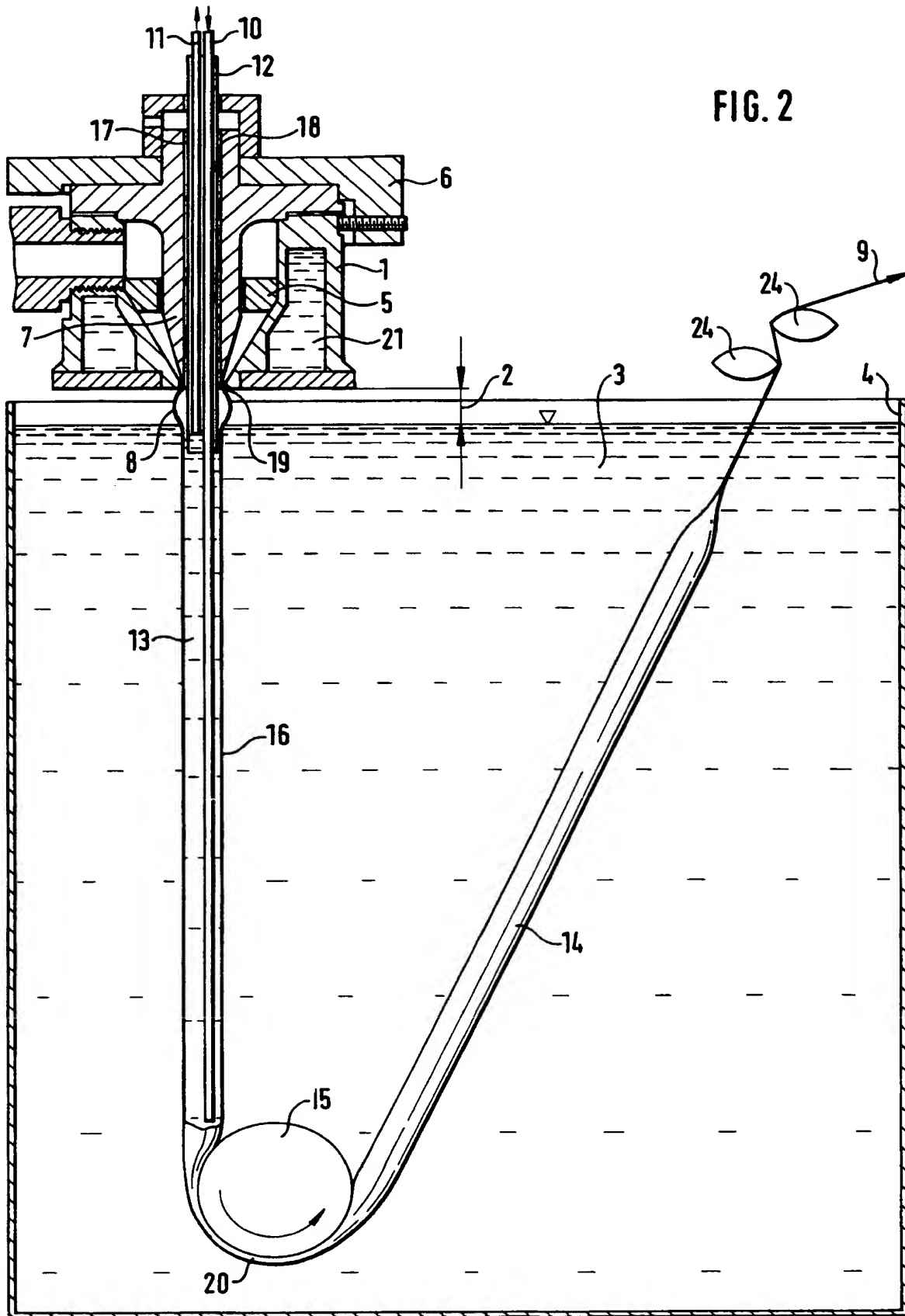


FIG. 3

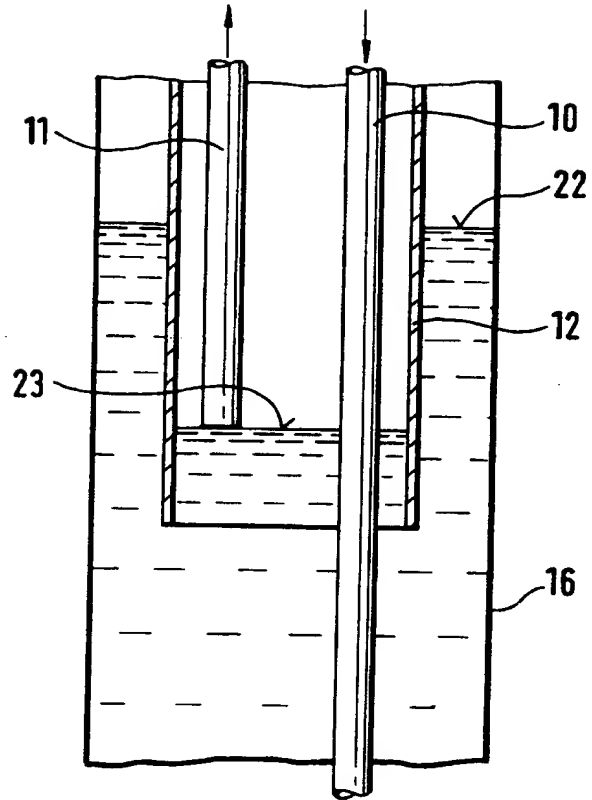
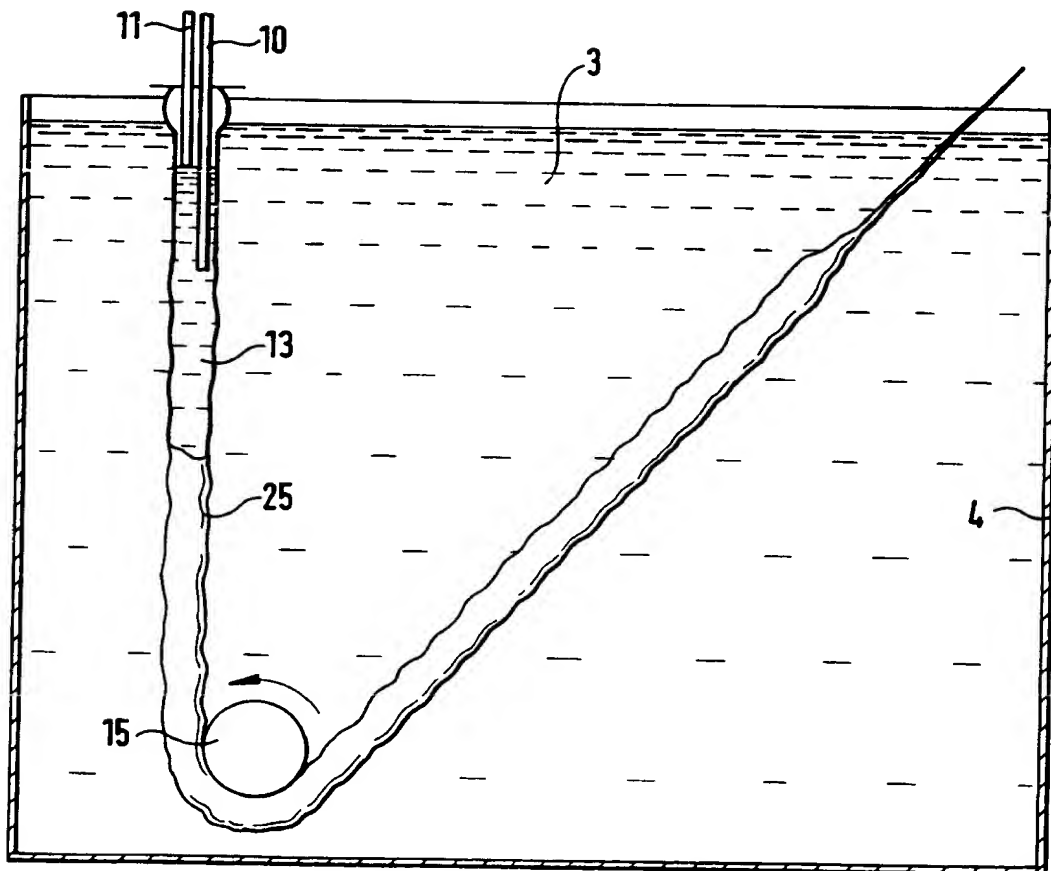


FIG. 4





Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 98 11 5586

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
X	EP 0 692 194 A (VISKASE CORP) 17. Januar 1996 * Seite 9, Zeile 28 - Zeile 46 * * Seite 14, Zeile 29 - Zeile 51 * * Anspruch 1; Abbildungen 1,3 *	1-3,5-7, 12,13, 18,24	B29C47/00 A22C13/00
A	---	4,8-11, 14-17, 19-23	
X	EP 0 662 283 A (VISKASE CORP) 12. Juli 1995 * Zusammenfassung * * Seite 7, Zeile 4 - Seite 8, Zeile 3 * * Seite 8, Zeile 7 - Zeile 14 * * Seite 8, Zeile 21 - Seite 9, Zeile 22 * * Ansprüche 1,11; Abbildungen *	1-8,10, 12,13, 18-21	
A	WO 95 07811 A (CHEMIEFASER LENZING AG) 23. März 1995 * Seite 6, Zeile 36 - Seite 7, Zeile 10 * * Seite 9, Zeile 21 - Zeile 34 * * Ansprüche; Abbildung 2 *	1-24	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6) B29C A22C
A	GB 304 754 A (WOLFF & CO.) * Seite 1, Zeile 71 - Seite 2, Zeile 16; Ansprüche; Abbildung *	8,9,12, 13,16,23	
A	US 3 121 762 A (JOKOB HOFSTAD ET AL) 18. Februar 1964 * das ganze Dokument *		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 9. Dezember 1998	Prüfer Jensen, K
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)

